# 特許協力条約

PCT

特許性に関する国際予備報告(特許協力条約第二章)

(法第 12 条、法施行規則第 56 条) [PCT36 条及びPCT規則 70]

出願人又は代理人 の書類記号 62199CT	今後の手続きについ	、ては、様式PCT/	IPEA/41	6を参照すること。
国際出願番号 PCT/JP2005/005	国際出願日 (日. 月. 年) 28.	03.2005	優先日 (日.月.年)	29. 03. 2004
国際特許分類(IPC)Int.Cl.	H01L21/304 (2006. 01) i		, and a second	受信
出願人 (氏名又は名称) ニッタ・ハース株式会社				'06.82
法施行規則第57条(PCT2.この国際予備審査報告は、3.この報告には次の附属物件a.   附属書類は全部で   補正されて、この	 も添付されている。	3 ペーシ る。 はこの国際予備審査機 等施細則第 607 号参	ジからなる。 と関が認めた訂正 照) 引示の範囲を超え	を含む明細書、請求の範 た補正を含むものとこの
b. <b>電子媒体は全部で</b> 配列表に関する補充 (実施細則第 802 号	欄に示すように、電子形式によ 参照)	る配列表又は配列表		体の種類、数を示す)。 ブルを含む。
4. この国際予備審査報告は、				•
	予備審査報告の基礎 **			
□ 第Ⅱ欄 優先村 □ 第Ⅲ欄 新規↑	<sub>態</sub> 生、進歩性又は産業上の利用可i	能性についての国際	予備審査報告の不	作成
	の単一性の欠如			
•	Γ35条(2)に規定する新規性、進 - Φの本株Ταγέδη	歩性又は産業上の利	用可能性について	この見解、それを嬰付
	こめの文献及び説明 重の引用文献			
	出願の不備			
第個欄 国際出	出願に対する意見			

国際予備審査の請求書を受理した日 26.01.2006	国際予備審査報告を作成した日 21.07.2006
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP)	特許庁審査官 (権限のある職員) 小野田 達志
郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101 内線 3364

<b>=</b> 1	医四周1	この予備審査	朝生はいて	このものを其	ズ鉄 レ	. 1 +-	
				ひものを基	we C		
V	_	言語による国		4 n====	<del>-</del> -	2.7	
ļ		)言語から次 <i>0</i> 			•		部に翻訳された、この国際出願の翻訳文
		調査(PCT			(b))		
		公開(PCT 子健密本(P			a	(-))	
	」	予備審査(P	し」規則の	5. Z(a) 又(は)	55. J	(a))	
						: (PCT14条) の規? この報告に添付してい	定に基づく命令に応答するために提出。 いない。)
Γ	出願時の	国際出願書類	ĺ				
V	明細書						
	第	1-2, 5-	-12	ペー	ジ、	出願時に提出された	もの
	第	4, 13	3	<u>~</u> ~			付けで国際予備審査機関が受理した
	第	3, 14	1	~	ジ*、	09. 06. 2006	付けで国際予備審査機関が受理した
<b>\</b>	請求の範	丑					
	第				項、	出願時に提出された	もの
	第						に基づき補正されたもの
	第		2				付けで国際予備審査機関が受理した
	第	1, (	<u>6−7</u>		項*、	09. 06. 2006	付けで国際予備審査機関が受理した
	図面						
	第						
	7			_ ページ/[	図、	出願時に提出された	もの
	第 <sub></sub>			_ ページ/[ _ ページ/[			
_	第 第 配列表又	は関連するテ		- _ ページ/[ _ ページ/[	☑ *、		もの 付けで国際予備審査機関が受理した。 付けで国際予備審査機関が受理した。
다 I	第一の表文に対しては、明請ののでは、一つでは、一つでは、一つでは、一つでは、一つでは、一つでは、一つでは、一つ	をに関する補 の、下記の書 を が の 節 の で で の き の の の の の の の の の の の の の の の	充欄を参照 類が削除さ 第 第 第 第	_ ページ/[ _ ページ/[ _ ページ/[ _ すること。	※ *、 ※ *、		付けで国際予備審査機関が受理した。
·	第一の表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表	表に関する補意の表でである。 では、下記の書きの。 で、下記の書きでは、 で、下記の書きでは、 で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、で、	左欄を参照 類が削除さ 第 第 第 一 一 こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ	_ ページ/[ ページ/[ オること。 れた。		-5	付けで国際予備審査機関が受理した 付けで国際予備審査機関が受理した ページ 項
•	第一の表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表記を表	をに関する補 の、下記の書 を が の 節 の で で の き の の の の の の の の の の の の の の の	左欄を参照 類が削除さ 第 第 第 一 一 こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ こ	_ ページ/[ ページ/[ オること。 れた。		-5	付けで国際予備審査機関が受理した 付けで国際予備審査機関が受理した ページ 項
•	第一人を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を表現を	をに関する補意の表に関する補意の、下記の書きのでは、下記の書きのでは、 をに関連する。 に関連する。	充欄を参照 類が削削 第第二 ま ま ま で で で で で で で で で で で で で で で で	_ ページ/[ ページ/[ すること。 れた。 と) 具体的に記述	図*、 図*、 はす	-5 ること) <u></u>	付けで国際予備審査機関が受理した 付けで国際予備審査機関が受理した ページ 項 ページ/図
·	第第列を補下で「「「「」」」に明請図配列を記して、一個が、一個の報告に、一個の報的報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、例の可能的報告に、例の可能的知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知	とに関する補 り、下記の書 に い に 関連するう	左欄を 類が 第第第載 し し し し し し し し し し し し し し し し し	- ページ/II パージ/II パージ/II よっこと。 と り に、この報	図 * 、	-5 ること)	付けで国際予備審査機関が受理した 付けで国際予備審査機関が受理した ページ 項 ページ/図
·	第第列を補下で「「「「」」」に明請図配列を記して、一個が、一個の報告に、一個の報的報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、一個の報告に、例の可能的報告に、例の可能的知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知知	をに関する補 り、下記の書 ・範囲 ・範囲体する。 は、補たと認います。	左欄を 類が 第第第載 し し し し し し し し し し し し し し し し し	- ページ/II パージ/II パージ/II よっこと。 と り に、この報	図 * 、	-5 ること)	一付けで国際予備審査機関が受理した。  一ページ  「項 一ページ/図  一に対して  一で  一で  一で  一で  一で  一で  一で  一で  一で  一
·	第第配 補 【マー】 こえ 【 一】 表配 は 明請図配配 如さ 明請図配配 報さ 明請 かまる 明請 をお 細求 面列列 告れ 細求 かまる ままる ままる ままる ままる ままる ままる ままる ままる ままる	をに関する補 の、下記の書 に関する書 に関連のは、 は、神と認います。 は、神と認います。	<ul><li>充類</li><li>第第第載ー しれ</li><li>第第を制</li></ul>	- ページ/II パージ/II パージ/II よっこと。 と り に、この報	図 * 、	-5 ること)	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)  ページ 項
•	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 表配 に 明請図配配	とに関する補意に関する補意に関する補意に関する補意に関する。 下記の書 に関連 は、補とと は、 神という にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅ	左 類 第第第載 しれ 第第第 を り り 一 しれ ま の に る しれ ま の しれ り しれ り し り し り し り し し り し し し し し し	- ページ/ いっと。 イージ/ いっと。 かった。	図 * 、	-5 ること)	一付けで国際予備審査機関が受理した。  一ページ  「項 ーページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を で作成した。 (PCT規則 70. 2¢)
•	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 【】 表配 に 明請図配配	をに関する補 で、下記の書 で、下記の書 に関連を に関連を が、本のと に関連を が、である。 でのである。 には、 がののでは、 にはいる。 には、 にはい。 にはいる。 にはい。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはい。 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、	左 類 第第第載 しれ 第第第載を	- ページ / ページ / ページ / ページ / ペーン と 。	図図 * *、	-5 ること) 添付されかつ以下にえれなかったものとして	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)  ページ 項
•	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 【】 表配 に 明請図配配	とに関する補意に関する補意に関する補意に関する補意に関する。 下記の書 に関連 は、補とと は、 神という にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅう にゅ	左 類 第第第載 しれ 第第第載を	- ページ / ページ / ページ / ページ / ペーン と 。	図図 * *、	-5 ること) 添付されかつ以下にえれなかったものとして	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)  ページ 項
•	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 【】 表配 に 明請図配配	をに関する補 で、下記の書 で、下記の書 に関連を に関連を が、本のと に関連を が、である。 でのである。 には、 がののでは、 にはいる。 には、 にはい。 にはいる。 にはい。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはい。 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、	左 類 第第第載 しれ 第第第載を	- ページ / ページ / ページ / ページ / ペーン と 。	図図 * *、	-5 ること) 添付されかつ以下にえれなかったものとして	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)  ページ 項
•	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 【】 表配 に 明請図配配	をに関する補 で、下記の書 で、下記の書 に関連を に関連を が、本のと に関連を が、である。 でのである。 には、 がののでは、 にはいる。 には、 にはい。 にはいる。 にはい。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはい。 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、	左 類 第第第載 しれ 第第第載を	- ページ / ページ / ページ / ページ / ペーン と 。	図図 * *、	-5 ること) 添付されかつ以下にえれなかったものとして	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)
·	第第配補 【【】【【】 こえ 【】 【】 【】 表配 に 明請図配配	をに関する補 で、下記の書 で、下記の書 に関連を に関連を が、本のと に関連を が、である。 でのである。 には、 がののでは、 にはいる。 には、 にはい。 にはいる。 にはい。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはいる。 にはい。 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、 には、	左 類 第第第載 しれ 第第第載を	- ページ / ページ / ページ / ページ / ペーン と 。	図図 * *、	-5 ること) 添付されかつ以下にえれなかったものとして	付けで国際予備審査機関が受理した。 ページ 項 ページ/図  示した補正が出願時における開示の範囲を て作成した。 (PCT規則 70. 2c)

#### 特許性に関する国際予備報告

国際出願番号 PCT/JP2005/005769

見解			
新規性(N)	請求の範囲	1-2, 6-7	
	請求の範囲		<del>****</del>
進歩性(IS)	請求の範囲		有
	請求の範囲	1-2, 6-7	<b>4</b>
産業上の利用可能性 (IA)	請求の範囲	1-2, 6-7	有
	請求の範囲		—————————————————————————————————————

### 2. 文献及び説明 (PCT規則 70.7)

文献 1: JP 2001-26771 A(株式会社フジミインコーポレーテッド)2001.01.30,特許請求の範囲,第5 欄第29-50 行,第10 欄第5-25 行,表1 & US 6248144 B1

請求の範囲 1-2, 6-7 に係る発明は、国際調査報告で引用された文献 1 より進歩性を有しない。文献 1 には混合物のp Hとして  $2\sim4$  が示されている。アルカリ水溶液のp Hについては明記がないが、混合物との混合によりp H  $9\sim1$  2 となす旨の記載を参酌すれば、1  $2\sim1$  4 程度のp Hは適宜採用し得たものというべきである。そして、アルカリ水溶液に対して混合物を添加することについては記載されていないが、アルカリ水溶液と混合物とのうち、どちらに対してどちらを添加するかは二者択一の事項であり、また本願出願前においては、混合物に対してアルカリ水溶液を添加することも、アルカリ水溶液に対して混合物を添加すること(例えば 1003-268354 1005003 1055

出願人の指摘する「…pHの差が非常に大きな2液を混合したときのpHショックは極めて大きく…」なる点は、国際調査報告で引用された文献1においてもpHの差が非常に大きな2液を混合しているといえるから、格別なこととはいえない。

ルカリ金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2 種以上であることを特徴とする。

発明を実施するための最良の形態

[0004] 以下本発明の好適な実施例を詳細に説明する。

}

本発明の半導体研磨用組成物は、砥粒としてヒュームドシリカを含み、このヒュームドシリカの分散前における粉体のかさ密度は、50g/L以上100g/L未満が好ましく、75g/L以上85g/L以下がより好ましい。

ヒュームドシリカのかさ密度が50g/Lより低くなると、輸送用容器内を占める空気の割合が大きくなり、粉体の取り扱いが難しく、輸送コストも非常に高くなる。また、かさ密度が100g/L以上の場合、輸送用容器に充填する際の圧力が高すぎるため、組成物製造時に分散し難く、さらに製造後の輸送時などに頻集を生じ易い。

ヒュームドシリカのかさ密度を好適な範囲とすることで、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイスを効率良くかつ高精度に研磨することができ、研磨速度の高い半導体研磨用組成物を実現できる。また、かさ密度を従来の50g/Lより高くすることで、粉体を取り扱い易くし、輸送コストも低減することができる。

さらに、ヒュームドシリカのかさ密度を、75g/L以上85g/L以下とすることにより、 組成物製造時に分散し易く、軽集が生じ難くなる。これは、一般的なかさ密度である 50g/Lより比較的高いかさ密度とする、すなわち単位体積当たりの重量を増加させ ることで、分散媒である水へのいわゆる食い込み性が向上し、分散しやすくなるものと 考えられる。

ヒュームドシリカのかさ密度を制御する方法としては、以下のような方法がある。

1つの面が開放された直方体形状の充填容器に、所定の重量のヒュームドシリカを計量して投入し、開放面に垂直な方向に容器の内壁に沿って移動可能な加圧部材によって、投入したヒュームドシリカを開放面に対して垂直方向に加圧する。このとき、加圧されたヒュームドシリカの体積が、所望のかさ密度と、投入したヒュームドシリカ

	かさ <b>密度</b> [g/L]	粗大粒子数 [Particles/0.5ml]
実施例 1	50g/L	98,296
実施例2	70g/L	112.453
灾施例3	75 R/L	66,595
実施例 4	80g/L	99,016
比較例1	100g/L	141.933

実施例1~4は、含まれる粗大粒子数が少なく、砥粒であるヒュームドシリカが十分 に分散されていることがわかる。特に実施例3は、含まれる粗大粒子数が非常に少な く、最も分散状態が良好であることがわかる。これに対して比較例1は、粗大粒子数を 非常に多く含み、分散状態が悪化していることがわかる。

以上のように、pH、剪断力、混合時間など製造時の各条件が同じであっても、かさ 密度が異なると、研磨組成物の分散状態が異なり、かさ密度が50g/L以上100g/L未満であれば良好な分散状態が得られるが、かさ密度が100g/L以上になると、 実用が困難である。

本発明は、その精神または主要な特徴から逸脱することなく、他のいろいろな形態で実施できる。したがって、前述の実施形態はあらゆる点で単なる例示に過ぎず、本発明の範囲は特許請求の範囲に示すものであって、明細書本文には何ら拘束されない。さらに、特許請求の範囲に属する変形や変更は全て本発明の範囲内のものである。

## 産業上の利用可能性

Ÿ

[0006] 本発明によれば、酸水溶液とヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を 調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して 得られる。このヒュームドシリカの分散前における粉体のかさ密度は、50g/L以上10 0g/L未満が好ましく、75g/L以上85g/L以下がより好ましい。

ヒュームドシリカのかさ密度が50g/Lより低いと、粉体の取り扱いが難しく、また輸送コストが非常に高くなる。かさ密度が100g/L以上の場合、充填時に押し固められるため、組成物製造時に分散し難く、さらに製造後の輸送時などに凝集を生じ易い。 ヒュームドシリカのかさ密度を50g/L以上100g/L未満とすることで、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイス 調整することにより、ヒュームドシリカの水分散液を得る方法がある(たとえば、特開2001-26771号公報参照)。

実際に、上記の特許文献に記載された製造方法でヒュームドシリカを原料とする研磨用組成物を作製したところ、いずれの方法についても、剪断条件およびシリカ濃度などを規定することで、分散性の改善はみられるが、不十分であり、スラリ中に凝集物が多く存在した。

# 発明の開示

 $\hat{Y}^{i}$ 

*)i*:

[0003] 原料となるヒュームドシリカは、取り扱い易さおよび原料輸送コストなどの観点から、かさ密度を高くした状態で輸送することが好ましい。かさ密度を高くするためには、ヒュームドシリカを輸送用容器に充填させる必要がある。ヒュームドシリカを容器に充填させる際に、加圧するなどして押し固めるので、加える圧力によって、シリカ粒子の表面状態などが変化する。これにより、剪断力、混合時間など製造時の各条件が同じであっても、輸送時の状態が異なると、分散状態が異なる研磨用組成物となってしまう。本発明の目的は、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイスを効率良くかつ高精度に研磨することができる半導体研磨用組成物を提供することである。

本発明は、砥粒としてヒュームドシリカを含む半導体研磨用組成物であって、酸水溶液とかさ密度が50g/L以上100g/L未満であるヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を、前記混合物のpHが1~3となるように、前記アルカリ水溶液のpHが、12~14となるように調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して得られることを特徴とする半導体研磨用組成物である。

また本発明は、前記ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%~30重量%であることを特徴とする。

また本発明は、前記アルカリ水溶液が、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有することを特徴とする。

また本発明は、前記アルカリ水溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、ア

を効率良くかつ高精度に研磨することができ、研磨速度の高い半導体研磨用組成物を実現できる。また、かさ密度を従来より高くすることで、粉体を取り扱い易くし、輸送コストも低減することができる。

また、アルカリ水溶液はpH12~14であり、混合物のpHが1~3である。

¥

また本発明によれば、ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%~30 重量%であることを特徴とする。これにより、ヒュームドシリカの分散性を向上し、凝集 の発生をさらに防止することができる。

また本発明によれば、アルカリ水溶液は、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、 腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有し、アルカリ水 溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、アルカリ金属の水酸化物およびア ルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2種以上である。これにより、研磨 精度および研磨速度を向上させることができる。

## 請求の範囲

- [1] (補正後)砥粒としてヒュームドシリカを含む半導体研磨用組成物であって、酸水溶液とかさ密度が50g/L以上100g/L未満であるヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を、前記混合物のpHが1~3となるように、前記アルカリ水溶液のpHが、12~14となるように調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して得られることを特徴とする半導体研磨用組成物。
- [2] 前記ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%~30重量%であることを 特徴とする請求項1記載の半導体研磨用組成物。

[3]

)

- [4] (削除)
- [5] (削除)
- [6] (補正後)前記アルカリ水溶液が、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有することを特徴とする 請求項1または2記載の半導体研磨用組成物。
- [7] (補正後)前記アルカリ水溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、アルカリ 金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2種以 上であることを特徴とする請求項1~3のいずれか1つに記載の半導体研磨用組成 物。